



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21), (22) Заявка: 2007127140/03, 16.07.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
16.07.2007

(45) Опубликовано: 20.09.2009 Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2081078 C1, 06.10.1997. RU 2171791 C1,  
08.10.2001. SU 1794914 A1, 15.02.1993. SU  
1773889 A1, 07.11.1992. JP 48-16793 B,  
24.05.1973.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, Центр  
интеллектуальной собственности, Т.В. Маркс

(72) Автор(ы):

Пурескина Ольга Анатольевна (RU),  
Гашкова Валентина Ивановна (RU),  
Катышев Сергей Филиппович (RU),  
Тимохин Валерий Евгеньевич (RU),  
Загудаев Адольф Макарович (RU),  
Хомякова Надежда Владимировна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное  
учреждение высшего профессионального  
образования "Уральский государственный  
технический университет - УПИ имени  
первого Президента России Б.Н.Ельцина"  
(УГТУ-УПИ) (RU)

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОГО ГИПСА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу  
получения гранулированного гипса и может  
найти применение в промышленности  
строительных материалов. В способе  
получения гранулированного гипса из кислого  
отхода производства фтористого водорода,  
включающем нейтрализацию указанного  
отхода известьсодержащим агентом, которую  
осуществляют одновременно с грануляцией,  
причем вводят известьсодержащий агент в  
количестве, необходимом по

стехиометрическому соотношению или в  
избытке не более 5,0 мас.% от  
стехиометрического, и одновременно подают  
воду в количестве 13,0-15,0 мас.% от массы  
гранулируемого продукта, технологический  
процесс ведут в барабанном грануляторе при  
числе оборотов барабана 10-20 об/мин в  
течение одного часа с получением гранул  
размером 20-50 мм не менее 90-95%, 5-20 мм  
остальное и содержанием свободной серной  
кислоты 0,02-0,05 мас.%. 1 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

*C04B 11/06* (2006.01)*C01F 11/46* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2007127140/03, 16.07.2007**(24) Effective date for property rights:  
**16.07.2007**(45) Date of publication: **20.09.2009 Bull. 26**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, Tsentr  
intellektual'noj sobstvennosti, T.V. Marks**

(72) Inventor(s):

**Pureskina Ol'ga Anatol'evna (RU),  
Gashkova Valentina Ivanovna (RU),  
Katyshev Sergej Filippovich (RU),  
Timokhin Valerij Evgen'evich (RU),  
Zagudaev Adol'f Makarovich (RU),  
Khomjakova Nadezhda Vladimirovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie  
vysshego professional'nogo obrazovaniya  
"Ural'skij gosudarstvennyj tekhnicheskij  
universitet - UPI imeni pervogo Prezidenta  
Rossii B.N.El'tsina" (UGTU-UPI) (RU)****(54) METHOD OF GRANULATED PLASTER OBTAINMENT**

(57) Abstract:

FIELD: construction.

SUBSTANCE: method of granulated plaster obtainment out of sour waste of hydrofluoride production involves waste neutralisation by lime-containing agent, performed simultaneously with granulation. Lime-containing agent is added in amount required by stoichiometric ratio or exceeding stoichiometric amount not more than by 5.0 wt %, and water is supplied at the same time in amount

of 13.0-15.0 wt % of granulated product weight. The process is implemented in granulating drum at 10-20 rpm drum rotation rate for one hour to obtain at least 90-95% of granules of 20-50 mm size and the rest of 5-20 mm granules, with unbound sulfuric acid content of 0.02-0.05 wt %.

EFFECT: improved method of granulated plaster obtainment.

1 tbl

Изобретение относится к способам получения гранулированного гипса из отходов производства фтористого водорода и может быть использовано в цементной промышленности, а также для изготовления строительных изделий.

Известен способ получения гранулированного гипса из кислого отхода производства фтористого водорода (см. патент России №2081078, кл. C04B 11/06, C01F 11/46, опубл. 06.10.1997), включающий нейтрализацию кислого отхода производства фтористого водорода и грануляцию продукта нейтрализации водой, причем нейтрализацию осуществляют одновременно с помолом, нейтрализующий агент при этом вводят в количестве, превышающем стехиометрическое на 28,0-73,0 мас.%, а грануляцию ведут водой, подаваемой в количестве 12,0-17,0 мас.% от массы гранулируемого продукта.

Известен также способ получения гранулированного гипсового вяжущего из кислого отхода производства фтористого водорода (см. патент России №2171791, кл. C04 B11/06, C01F11/46, опубл. 08.10.2001), включающий нейтрализацию кислого отхода производства фтористого водорода одновременно с помолом и последующей грануляцией водой, в котором в кислый отход производства фтористого водорода дополнительно вводят 10,0-40,0 мас.% отхода производства плавиковой кислоты из шламохранилища - фторгипса с влажностью 0,0-20,0 мас.%, осуществляют нейтрализацию полученной смеси известьсодержащим агентом, взятым в количестве не более стехиометрического, а охлажденную в результате процесса нейтрализации до 70-80°C смесь подают на грануляцию.

Однако недостатком данного способа является использование избытка отхода производства плавиковой кислоты из шламохранилища - фторгипса как одного из составляющих, способствующих повышению полноты и высокой скорости нейтрализации серной кислоты, что делает данный способ дорогостоящим. Использование энергоемкого оборудования: барабанной мельницы и тарельчатого гранулятора также в значительной мере усложняет процесс, кроме того, низкая начальная прочность гранул приводит к необходимости увеличения времени на дозревание гранул, т.е. ведет к увеличению продолжительности технологического цикла.

Таким образом, известный способ получения гипсового вяжущего из кислого отхода производства фтористого водорода является наиболее близким аналогом предлагаемого способа и выбран в качестве прототипа.

Технической задачей, решаемой предлагаемым способом, является процесс получения гранулированного гипса за счет совместной нейтрализации и грануляции в барабанном грануляторе, что значительно упрощает технологию, снижает энергетические и временные затраты, а также повышает начальную прочность гранул без уменьшения их конечной прочности. Кроме того, выход товарной фракции гранул 20-50 мм не менее 90-95%.

Указанная задача решается за счет того, что в предлагаемом способе получения гранулированного гипса из кислого отхода производства фтористого водорода, включающем нейтрализацию кислого отхода известьсодержащим агентом, одновременно с процессом нейтрализации осуществляют процесс грануляции, причем в кислый отход дополнительно вводят известьсодержащий агент в количестве, необходимом по стехиометрическому соотношению или в избытке не более 5,0 мас.% от стехиометрического одновременно с подачей воды в количестве 13,0-15,0 мас.% от массы гранулируемого продукта. Процесс ведут в барабанном грануляторе при числе оборотов  $n=10-20$  об/мин, обеспечивающем число Фруда  $(0,2-1,9) \cdot 10^{-2}$  в течение одного

часа ( $Fr=(n^2 \cdot d)/g$ ), выход товарной фракции при этом достигает 20-50 мм не менее 90-95%.

Соотношение дозировки нейтрализующего агента, рассчитанного в количестве, необходимом по стехиометрическому соотношению или в избытке не более 5,0 мас.% от стехиометрического количества, обеспечивает химическое взаимодействие избыточной серной кислоты и известьсодержащего агента в продукте нейтрализации в процессе грануляции, при этом содержание свободной серной кислоты в гранулированном продукте не превышает допустимое. Соотношение количества воды и гранулируемого продукта, число оборотов, число Фруда, а также время ведения процесса определяется физико-химическими параметрами процесса грануляции.

Получение гранулированного гипса осуществлялось из кислого отхода производства фтористого водорода Полевского криолитового завода. Необходимый кислый отход производства фтористого водорода, полученный из печи разложения флюоритового концентрата с внутренним обогревом при температуре 220-230°C, массой 1000 кг с содержанием свободной серной кислоты 5,0 мас.%, помещаем в барабанный гранулятор, при числе оборотов барабана 10-20 об/мин, обеспечивающем число Фруда  $(0,2-1,9) \cdot 10^{-2}$ , вместе с нейтрализующим агентом, в количестве, необходимом по стехиометрическому соотношению или в избытке не более 5,0 мас.% от стехиометрического, одновременно подаем воду в количестве 13,0-15,0 мас.% от массы гранулированного продукта. Грануляцию ведем в течение одного часа до получения гранул с размером 20-50 мм в количестве не менее 90-95%.

Введение воды менее 13,0 мас.%, не обеспечивает желаемой степени нейтрализации и грануляции. Кроме того, меньшее количество воды снижает активность нейтрализующего агента, что приводит к ухудшению процессов нейтрализации и грануляции. Ведение процесса грануляции менее одного часа, с числом оборотов барабанного гранулятора менее 10 об/мин, обеспечивающее число Фруда менее  $0,2 \cdot 10^{-2}$ , не дает желаемой степени и скорости грануляции. Введение количества воды более 15,0 мас.% затрудняет процесс грануляции и снижает начальную прочность гранул. Увеличение числа оборотов барабанного гранулятора также нецелесообразно, поскольку ведет увеличению энергетических затрат, прочность гранул при этом увеличивается незначительно. Введение известьсодержащего агента более 5,0 мас.% также незначительно увеличивает прочность гранул.

Предел прочности гранул на сжатие (начальную прочность) определяли на измерителе прочности гранул ИПГ-2 через 5 минут после выхода гранул из гранулятора. Конечную прочность определяли на момент отгрузки целевого продукта на прессе РП-2. Начальную влажность гранул измеряли весовым методом на выходе из гранулятора без подсушивания гранул. Аналогично описанному примеру (пример 1) осуществляли получение гранулированного гипса при параметрах, значение которых является предельно допустимыми (примеры 2-9). Технологические параметры полученного гранулированного гипса и характеристики целевого продукта, полученного заявленным способом, а также способом, принятым за прототип, приведены в таблице.

Как видно из приведенных примеров, данный способ по сравнению с прототипом обеспечивает при существенном упрощении процесса снижении энергетических и временных затрат, получение гранулированного гипса с более высокими прочностями гранул. Данные по пределу прочности свидетельствуют о том, что выход качественного целевого продукта, готового к отгрузке потребителю, возможен уже через 12 часов, тогда как по прототипу требуется времени в два раза больше.

Предлагаемый способ обеспечивает применение гранулированного продукта в цементной промышленности, значительно упрощает технологический процесс, а также значительно его удешевляет и исключает стадию дозревания гранулированного материала.

5 Применение способа обеспечивает следующие технико-экономические преимущества:

- 10 - значительное упрощение технологического процесса за счет проведения совместной нейтрализации и грануляции кислого отхода получения фтористого водорода без его предварительного дополнительного измельчения в процессе нейтрализации и охлаждения;
- получение гранулированного гипса с высокими эксплуатационными свойствами;
- 15 - возможность применения получаемого продукта в качестве минерализующей добавки и в качестве регулятора сроков схватывания при производстве цемента вследствие низкой кислотности гранул и содержания товарной фракции гранул размером 20-50 мм не менее 90-95%;
- 20 - высокая транспортабельность полученного продукта, исключение пыления и слеживания при транспортировке вследствие высокой прочности гранул и содержания товарной фракции гранул размером 20-50 мм не менее 90-95%.

25

30

35

40

45

50

Таблица

Способ получения гранулированного гипса

Пример	Технические параметры			Характеристика целевого продукта							
	Количество вводимого известкового агента, от стехеометрического, мас. %	Количество H <sub>2</sub> O, вводимой на грануляцию, мас. %	Число оборотов, об/мин	Содержание H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> в нейтрализованном и гранулированном продукте, мас. %	Предел прочности гранул, МПа			Фракционный состав, %			
					Начальный	1 сутки	4 сутки	20-50 мм	10-20 мм	5-10 мм	Отсев менее 5мм
1	0	13	10	0,05	0,60	4,0	4,6	87	9	4	-
2	0	13	20	0,05	0,70	4,4	5,0	96	2	2	-
3	0	15	10	0,05	0,65	4,2	4,9	93	4	3	-
4	0	15	15	0,05	0,85	4,6	5,3	95	2	3	-
5	5	13	10	0,02	0,65	4,0	4,6	87	5	8	-
6	5	13	20	0,02	0,90	4,7	5,5	95	3	2	-
7	5	15	15	0,02	0,85	4,5	5,3	93	3	4	-
8	10	18	13	материал не гранулируется – раскатывается по барабану							
9	10	15	20	0,01	0,95	4,7	5,7	90	6	4	-
Прототип	0	-	-	0,1	0,30	3,5	3,9	-	-	-	-

Формула изобретения

Способ получения гранулированного гипса из кислого отхода производства

фтористого водорода, включающий нейтрализацию указанного отхода  
известьесодержащим агентом, грануляцию, отличающийся тем, что указанную  
нейтрализацию осуществляют одновременно с грануляцией, причем вводят  
5 известьесодержащий агент в количестве, необходимом по стехиометрическому  
соотношению или в избытке не более 5,0 мас.% от стехиометрического, и  
одновременно подают воду в количестве 13,0-15,0% от массы гранулируемого  
продукта, технологический процесс ведут в барабанном грануляторе при числе  
10 оборотов барабана 10-20 об/мин в течение одного часа с получением гранул  
размером 20-50 мм не менее 90-95%, 5-20 мм -остальное и содержанием свободной  
серной кислоты 0,02-0,05 мас.%.

15

20

25

30

35

40

45

50







ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

**(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ**

---

**ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе**

Дата прекращения действия патента: 17.07.2009

Дата публикации: 27.02.2011

---

RU 2 367 629 C2

RU 2 367 629 C2